

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

**PRIORITY
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



REC'D 03 JAN 2005

IP-0

POT

Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen: 103 53 559.4

Anmeldetag: 14. November 2003

Anmelder/Inhaber: AQUANOVA German Solubilisate Technologies
(AGT) GmbH, 64295 Darmstadt/DE

Bezeichnung: Solubilisat enthaltend eine wässrige Lösung von As-
corbinsäure, einen Überschuss an einem oder meh-
reren Polysorbaten, sowie einen, Gehalt an Triglyce-
riden

IPC: A 23 D, C 11 B

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ur-
sprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 30. November 2004
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident

Im Auftrag

Stech

A 9161
03/00
EDV-L

BEST AVAILABLE COPY

Die Erfindung betrifft ein Solubilisat enthaltend eine wässrige Lösung von Ascorbinsäure, einen Überschuss an einem oder mehreren Polysorbaten, sowie einen Gehalt an Triglyceriden.

5 In dem Dokument DE-A-10158447 ist ein Verfahren zur Gewinnung eines Ascorbinsäure-Solubilisats beschrieben, bei dem einer wässrigen Lösung von Ascorbinsäure ein Polysorbat im Überschuss zugegeben und wenig leichtes Pflanzenöl wie beispielsweise Distelöl der Mischung hinzugefügt wird. Nach Erwärmen und Rühren entsteht nach dem Abkühlen ein klares Solubilisat.

10 Nach der Schrift EP-A-1338271 kann man das klare und homogene Solubilisat beispielsweise dadurch erhalten, dass man 10 Gew% Ascorbinsäure in 10 Gew% aqua dest auflöst und zu dieser wässrigen Lösung 70 Gew% Polysorbat 80 zusammen mit 10 Gew% eines Triglycerids in Form eines leichten Pflanzenöls beigibt, auf 60 °C erwärmt und bis zur Klarheit rührt. Das so gewonnene Solubilisat lässt sich bei Raumtemperatur in Wasser klar und rückstandsfrei lösen. Das Ascorbinsäure-Solubilisat ist in Fetten wie etwa Salben sowie Emulsionen fast beliebig löslich und verlängert bei Zusatz zu denselben deren Haltbarkeit durch zeitlich erhebliche Verlangsamung oxidativer Prozesse. In vor vorzeitiger Alterung
15 (=Oxidation) zu schützenden Ölen, die beispielsweise in Nahrungsmitteln Verwendung finden, lässt sich das oben genannte Ascorbinsäure-Solubilisat jedoch häufig nur bis zu ca. 1,2 Gew% vollständig lösen. Die Öle können daher bis zu etwa 1.200 ppm reine Ascorbinsäure enthalten

20 Um das Auflösen des Solubilisats beispielsweise in Ölen zu gewährleisten, ist es häufig erforderlich, das Gemisch kräftig zu rühren. Technisch geschieht dies zweckmäßig durch Einsatz von Rührwerken.

25 Erwünscht ist jedoch, dass sich das Ascorbinsäure-Solubilisat, in welchem Öl auch immer, leichter und gegebenenfalls sogar ohne Unterstützung eines Rührwerkes, auflöst. Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, die sedimentfreie Lösung des eingangs genannten Solubilisats in einem zu
30

schützenden Öl zu verbessern.

Dazu dient erfindungsgemäß eine Mischung, die aus etwa 5 Gew% bis etwa 15 Gew% des eingangs genannten Ascorbinsäure-Solubilisats, einem im Verhältnis zu dem Ascorbinsäure-Solubilisat weniger viskosen Öl in einem Anteil von etwa 85 Gew% bis etwa 95 Gew% sowie aus einem Anteil von etwa 0,5 Gew% bis etwa 2 Gew% eines Mittels besteht, welches die Viskosität der Mischung, ausgehend von der Viskosität des Ascorbinsäure-Solubilisats, der Viskosität des Öles nur annähert. Das Öl kann entweder das zu schützende Öl oder ein solches sein, dessen Viskosität von derjenigen des zu schützenden Öls verschieden ist. Beispielsweise kommen öl- und/oder linolsäurereiche Öle, Fischöl oder mittelkettige Triglyceride in Betracht. Für das Mittel empfehlen sich Wachse, die aus fettähnlichen Verbindungen, aus höheren Fettsäuren und einwertigen höheren Paraffin-Alkoholen (Myricil-, Cetyl-, Deryl-, Melissylalkohol) bestehen, wie Wollfett (E913), Bienenwachs oder Pflanzenwachs (Carnaubawachs, Candelillawachs, Zuckerrohrwachs oder auch synthetische Wachse. Die als Alternative genannten Wachsvarianten wie Wollwachs und Wollfett, künstliche Wachse oder synthetisch hergestellte Wachse zeigen nur bei höherer Konzentration (unwirtschaftlich) den erwünschten viskositätsausgleichenden Effekt. Bei Carnaubawachs ist die Homogenität der Viskosität wegen des hohen Schmelzpunktes des Rohstoffes nur schwer erreichbar. Im Prozess der Abkühlung bilden sich unterschiedlich große Partikel. Daher erweist sich cera alba für die Zwecke im Sinne der Erfindung als optimal.

Der Erfindung liegt die Konzeption zugrunde, mit dem Ascorbinsäure-Solubilisat zunächst eine sogenannte Vormischung herzustellen, deren Viskosität derjenigen des zu schützenden Öls nur angenähert ist und daher kleiner ist als diejenige des Ascorbinsäure-Solubilisats. Dazu wird erfindungsgemäß dem Öl der Vormischung das die Viskosität des Öls erhöhende Mittel in geringer Menge beigegeben. Diese Vorgehensweise hat den Vorteil, dass sich in die Vormischung ein höherer Anteil des Ascorbinsäure-Solubilisats einbringen lässt als bei der eingangs erwähnten Zugabe des Ascorbinsäure-Solubilisats direkt zum zu schützenden Öl. Ferner ist ein Rühren beim Einbringen der Vormischung in das zu konservierende Öl nicht erforderlich.

Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Mischung kann beispielsweise wie folgt vorgegangen werden:

Zunächst löst man gemäß Beispiel 2 der EP-A-1338271 10 Gew% Ascorbinsäure (bezogen auf die Gesamtmenge an Ascorbinsäure-Solubilisat = 100 Prozent) in 10 Gew% aqua dest und gibt zu dieser wässrigen Lösung 70 Gew% Polysorbat 80 zusammen mit 10 Gew% eines leichten Pflanzenöls, beispielsweise Distelöl oder Leinöl. Man erwärmt auf mindestens 60 °C und rührt bis zur Klarheit und Homogenität des Solubilisats.

Etwa 88,5 Gew.% eines Öles, das ein Pflanzenöl, Fischöl oder ein mittelkettiges Triglycerid sein kann, werden auf etwa 80 °C erwärmt. Dem warmen Öl werden etwa 1,5 Gew% Bienenwachs (cera alba) zugegeben und gerührt. Nach Auflösung des Waxes werden der warmen Mischung etwa 10 Gew% des vorstehend genannten Ascorbinsäure-Solubilisats zugegeben. Das Rühren wird fortgesetzt, bis nach Abschalten der Heizung die Vormischung sich auf Raumtemperatur abgekühlt hat.

Diese erfindungsgemäße Vormischung bleibt auch nach längerer Lagerung (bei Raumtemperatur oder darunter) stabil homogen und sedimentfrei und enthält 1 Gew% bzw. 10.000 ppm reine, chemisch unveränderte Ascorbinsäure (Vitamin C). Diese Ascorbinsäure-Konzentration im Öl liegt ca. 20-fach über der Konzentration, welche durch derivatisierten Ascorbinsäure-Varianten, wie z.B. Ascorbyl-Palmitat (bisher einzige nicht phenolische Antioxidans-Variante), in Ölen erreicht worden ist.

Aus einer Viskositätsprüfung gemäß DIN 53211 mittels FORD-Trichter und einem Auslaufeinsatz mit 3 mm Öffnung ergibt sich für das Polysorbat 80 enthaltende Ascorbinsäure-Solubilisat nach Beispiel 2 des Dokumentes EP-A-1338271 eine Auslaufzeit von 22,5 Minuten. Ist das zu schützende Öl ein Noury-Sonnenblumenöl, misst man eine Auslaufzeit von einer Minute für dieses. Die erfindungsgemäße Vormischung mit einem Öl, das auch das zu schützende Öl, also ebenfalls Noury-Sonnenblumenöl ist, hat eine Auslaufzeit von zwei Minuten. Die Viskosität der Vormischung liegt also nahe bei, d.h. wenig über der Viskosität des zu schützenden Öls.

Statt der vorstehend genannten Triglyceride kann man das Ascorbinsäure-Solubilisat auch mit mittelkettigen Triglyceriden gewinnen, die üblicherweise einen wesentlichen Gehalt an Caprylsäure und Caprinsäure aufweisen. Ferner kann man das Ascorbinsäure-Solubilisat auch durch Verwendung von Polysorbat 20 statt Polysorbat 80 herstellen, wobei die genannten Gewichtsverhältnisse im wesentlichen beibehalten werden können. Die Auslaufzeit eines solchen mit Polysorbat 20 hergestellten Ascorbinsäure-Solubilisats wird zu 15,5 Minuten gemessen.

Das mit der erfindungsgemäßen Vormischung zu konservierende Öl kann aus mittelkettigen Triglyceriden oder üblichem Pflanzenöl oder Fischöl bestehen, die lebensmittelrechtlich zugelassen sind.

Diese Vormischung kann dann der größeren, zu konservierenden, d. h. zu schützenden Charge des Öles in einer Menge je nach Bedarf (bis 25 Gew%) zugegeben werden. Damit lässt sich der Anteil an Ascorbinsäure in dem zu schützenden Öl, ausgehend von der Vormischung, wie oben erwähnt, frei einstellen, ohne dass dazu weitere Maßnahmen (Zugabe von Additiven oder Rühren) erforderlich wären. Der Gehalt an reiner Ascorbinsäure im zu schützenden Öl kann bis zu etwa 2.500 ppm betragen.

Wie dargelegt, eignet sich die Vormischung zur Konservierung von Ölen. Darüber hinaus kann die Vormischung als Hauptkomponente (Oxidations-Compound) bei der Zubereitung von Teigen oder Teigmischungen Verwendung finden, aus denen Backwaren hergestellt werden sollen. Ferner empfiehlt sich die Verwendung der Vormischung als antioxidativer Zusatz bei der Herstellung von Fischwaren, insbesondere Fischkonserven.

1. Mischung zur Konservierung von Ölen oder dergleichen, vornehmlich für die Zubereitung von Lebensmitteln, bestehend aus etwa 5 Gew.% bis etwa 15 Gew.% eines Ascorbinsäure-Solubilisats, etwa 85 Gew.% bis etwa 95 Gew.% eines Öles, dessen Viskosität kleiner als die des Ascorbinsäure-Solubilisats ist, und etwa 0,5 Gew.% bis etwa 2 Gew.% eines Mittels, welches die Viskosität der Mischung, ausgehend von der Viskosität des Ascorbinsäure-Solubilisats, der Viskosität des Öles nur annähert.
2. Mischung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Öl das gleiche wie das zu konservierende Öl ist.
3. Mischung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet dass das Ascorbinsäure-Solubilisat Polysorbat 80 und/oder Polysorbat 20 enthält.
4. Mischung nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Mittel ein Wachs ist, das aus fettähnlichen Verbindungen, aus höheren Fettsäuren und einwertigen höheren Paraffin-Alkoholen besteht, wie beispielsweise ein aus Pflanzen gewonnenes Wachs.
5. Mischung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass als Mittel Cera Alba eingesetzt wird.
6. Mischung nach einem oder mehreren der vorstehenden Ansprüche, bestehend aus etwa 88,5 Gew.% des Öles, etwa 1,5 Gew.% Cera Alba und etwa 10 Gew.% des Ascorbinsäure-Solubilisats.
7. Verfahren zur Herstellung der Mischung nach einem oder mehreren der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass ein Öl, bestehend aus einem Pflanzenöl, Fischöl oder einem mittelkettigen Triglycerid, auf etwa 80° C erwärmt wird, dem warmen Öl wenig Wachs zugegeben und gerührt wird und nach Auflösung des Wachses der warmen Mischung ein Ascorbinsäure-Solubilisat zugegeben und die Mischung bis zur Abkühlung auf

Raumtemperatur gerührt wird.

- 5
8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass etwa 88,5 Gew.% des Öles etwa 1,5 Gew.% Cera Alba zugegeben und die warme Mischung mit etwa 10 Gew.% Ascorbinsäure-Solubilisat versetzt wird.
 9. Verwendung der Mischung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1-6 bei der Zubereitung von Backwaren, als Antioxidans für Lebensmittel, Öle und Kosmetika.

Beschrieben wird eine Mischung zur Konservierung von Ölen oder dergleichen, vornehmlich für die Zubereitung von Lebensmitteln, bestehend aus etwa 5 Gew% bis etwa 15 Gew% eines Ascorbinsäure-Solubilisats, etwa 85 Gew% bis etwa 95 Gew% eines Öles, dessen Viskosität kleiner als die des Ascorbinsäure-Solubilisats ist, und etwa 0,5 Gew% bis etwa 2 Gew% eines Mittels, welches die Viskosität der Mischung, ausgehend von der Viskosität des Ascorbinsäure-Solubilisats, der Viskosität des Öles nur annähert.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record.**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER: _____**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.